

genschaften die Zugehörigkeit zum rhombischen System ergaben. Hier-  
nach würde das Silicat einen Zink-Pyroxen darstellen und isomorph  
mit dem natürlichen Mineral Enstatit  $MgSiO_3$  sein. Bemerkenswerth  
ist, dass das oben erwähnte, von Ebelmen durch Zusammenschmelzen  
von 9 g  $SiO_2$ , 6 g  $MgO$  und 6 g  $B_2O_3$  erhaltene Silicat  $MgSiO_3$  nach  
den Untersuchungen von Fouqué und Michel-Lévy und von Vogt  
theils monoklin, theils rhombisch ist.

Auch andere ähnliche, sowie complicirter aufgebaute Silicate sollen  
nach dieser Methode dargestellt werden.

Der Versuch wurde bereits im Jahre 1892 ausgeführt.

Hrn. Dr. Heinecke, Director der Königl. Porzellan-Manufactur  
in Charlottenburg, bin ich für die grosse Freundlichkeit, mit der er  
mir gestattete, Versuche in der Porzellanfabrik auszuführen, zu vielem  
Dank verpflichtet, ebenso Hrn. Dr. Pukall und Marquardt.

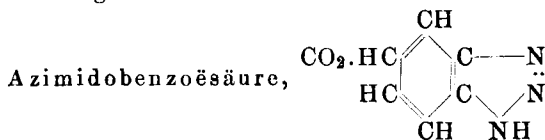
## 512. J. A. Bladin: Ueber die Oxydation des Azimido- toluols. II.

(Eingegangen am 13. November.)

Ich habe unlängst<sup>1)</sup> eine vorläufige Mittheilung über diesen  
Gegenstand geliefert und dann die (1.2.3)-Triazol-(4.5)-dicarbonsäure  
beschrieben. Bei der Oxydation bildet sich auch in geringerer Menge  
eine Azimidobenzoësäure. Man kann indessen die beiden Säuren  
leicht auf folgende Weise von einander trennen.

Nach vollendeter Oxydation und Abfiltriren des Mangansuper-  
oxyds wird das Filtrat durch Salpetersäure schwach sauer gemacht  
und dann auf dem Wasserbade concentrirt. Dabei scheidet sich schon  
in der Wärme die schwer lösliche Azimidobenzoësäure aus und kann  
durch Umkrystallisiren aus Eisessig gereinigt werden.

Aus dem Filtrat, worin die leicht lösliche Triazoldicarbonsäure  
sich befindet, kann diese in der Form ihres Silbersalzes durch Fällung  
mit Silbernitrat isolirt werden; die darin vorhandene Oxalsäure braucht  
man nicht vorher auszufällen, wenn man die Lösung durch Salpeter-  
säure stark sauer gemacht hat.



Aus Eisessig, worin die Säure ziemlich löslich ist, krystallisirt  
sie in kleinen, farblosen Blättern, die 1 Molekül Essigsäure enthalten,

<sup>1)</sup> Diese Berichte 26, 545.

die bei 120° C. leicht entweicht. Sehr schwer löslich in Wasser. Schmilzt noch nicht bei 270° C. Die Analysen der bei 120° C. getrockneten Substanz ergaben:

Ber. Procente: C 51.5, H 3.1, N 25.8.  
Gef. » » 51.6, » 3.2, » 26.0.

Die Essigsäurebestimmungen gaben:

Ber. Procente: CH<sub>3</sub>.CO<sub>2</sub>H 26.9.  
Gef. » » 26.7, 26.8.

Das Calciumsalz, (C<sub>7</sub>H<sub>4</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>Ca + 4H<sub>2</sub>O, bildet warzenförmige Aggregate.

Analyse: Ber. Procente: Ca 9.2, H<sub>2</sub>O 16.7.  
Gef. » » 8.8, 8.8, 9.0, » 16.8, 17.0, 17.2.

Das Baryumsalz, (C<sub>7</sub>H<sub>4</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>Ba + 7H<sub>2</sub>O, bildet feine Nädelchen.

Analyse: Ber. Procente: Ba 23.3, H<sub>2</sub>O 21.5.  
Gef. » » 23.5, 23.4, » 21.3, 21.5.

Die



ist schon in der vorläufigen Mittheilung beschrieben. Man reinigt die Säure am besten durch Umkrystallisiren aus Wasser, woraus sie in grossen, gut ausgebildeten, monosymmetrischen Krystallen anschießt, die 2 Moleküle Krystallwasser enthalten. Gefunden 18.6 pCt. H<sub>2</sub>O, anstatt 18.7 pCt. Aus concentrirter Salzsäure krystallisirt dieselbe in glänzenden Blättchen, die Chlorwasserstoff enthalten; dieser entweicht indessen leicht bei 120° C. Die Säure besitzt somit schwach basische Eigenschaften. Sie giebt, mit Resorcin und Chlorzink zusammengeschmolzen, ein in Ammoniak mit intensiv grüner Fluorescenz lösliches Fluorescein.

Die sauren Kalium- und Natriumsalze sind schon beschrieben.

Das neutrale Baryumsalz, C<sub>2</sub>HN<sub>3</sub>.(CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>.Ba + H<sub>2</sub>O, bildet ein schweres, krystallinisches Pulver, das in Wasser fast unlöslich ist.

Analyse: Ber. Procente: Ba 44.2, H<sub>2</sub>O 5.8.  
Gef. » » 43.7, » 6.3.

Das hellblaue Kupfersalz ist in Ammoniak und Mineralsäuren leicht löslich. Verpufft beim Erhitzen.

(1.2.3)-Triazol, C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>N<sub>3</sub>.

Beim vorsichtigen Erhitzen der Triazoldicarbonsäure im Kohlen säurestrom destillirt ein fast farbloses Oel über unter Hinterlassen einer voluminösen Kohle, welche die Ausbeute beträchtlich herabdrückt. Dieses Oel ist ein neues Triazol.

Analyse: Ber. Procente C 34.8, H 4.3.

» Gef. » » 34.3, » 4.7.

Das Oel ist hygroskopisch, aus welchem Grunde die Analysendaten nur annähernd stimmen. Der Siedepunkt, nach Siwoloboff<sup>1)</sup> bestimmt, liegt bei ca. 208—209° C bei 742 mm Barometerdruck. Das Oel ist in den gewöhnlichen Lösungsmitteln leicht löslich, unlöslich in Ligroin. Es giebt mit Metallsalzen Niederschläge.

Die Quecksilberverbindung,  $C_2H_2N_3HgCl$ , bildet ein fast unlösliches, schweres Pulver.

Analyse: Ber. Procente Cl 11.7.

Gef. » » 12.0.

Benzoyltriaazol,  $C_2H_2N_3 \cdot CO \cdot C_6H_5$ .

Durch Schütteln einer wässrigen Lösung des Triazols mit Benzoylchlorid bei Gegenwart von Natronlauge dargestellt, bildet diese Verbindung, aus Aether krystallisirt, lange, farblose Prismen. Außerst leicht löslich in Chloroform. Schmelzpunkt 111—111.5° C. (v. Pechmann's Benzoylosotriazol schmilzt bei 100° C.<sup>2)</sup>)

Analyse: Ber. Procente: C 62.4, H 4.0, N 24.3.

Gef. » » 62.4, » 4.2, » 24.4.

Eine ausführlichere Mittheilung werde ich an einem anderen Ort liefern.

Upsala. Universitätslaboratorium, November 1893.

### 519. G. Ciamician und P. Silber: Ueber die Alkaloide der Granatwurzelnrinde.

[III. Mittheilung.]

(Eingegangen am 9. November; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

#### I. Pseudopelletierin (Granatonin).

In unseren früheren Mittheilungen<sup>3)</sup> machten wir kurze Angaben über die Zusammensetzung und das Verhalten des vor vielen Jahren von dem französischen Chemiker Tanret in der Granatwurzelnrinde entdeckten und von ihm Pseudopelletierin genannten Alkaloïds. Dieser interessante Körper, dem die Formel  $C_9H_{15}NO$  zukommt, ist, wie wir fanden, eine tertiäre Base und sein Jodmethylat spaltet sich bei der Einwirkung der Alkalien in Dimethylamin und einen öligen Körper von der Zusammensetzung  $C_8H_{10}O$ ; dieser letztere lieferte uns wieder bei der Oxydation Phenylglyoxylsäure.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 19, 795.

<sup>2)</sup> Ann. d. Chem. 262, 323.

<sup>3)</sup> Diese Berichte 25, 1601; 26, 156.